



(19)日本国特許庁 (J P)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-249426

(P 2 0 0 3 - 2 4 9 4 2 6 A)

(43)公開日 平成15年9月5日(2003.9.5)

(51) Int.CI.
H01L 21/02
C30B 29/36
33/12
H01L 21/205

識別記号

F I
H01L 21/02
C30B 29/36
33/12
H01L 21/205

マークコード (参考)

B 4G077
A 5F045

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2002-45725(P 2002-45725)

(22)出願日 平成14年2月22日(2002.2.22)

(71)出願人 000005902
三井造船株式会社
東京都中央区築地5丁目6番4号
(72)発明者 山田 公
兵庫県姫路市新在家本町6-11-9
(72)発明者 松尾 二郎
京都府京都市左京区岩倉長谷町91-3
(72)発明者 豊田 紀章
兵庫県姫路市東辻井1丁目3-6-205
(74)代理人 100091306
弁理士 村上 友一 (外1名)

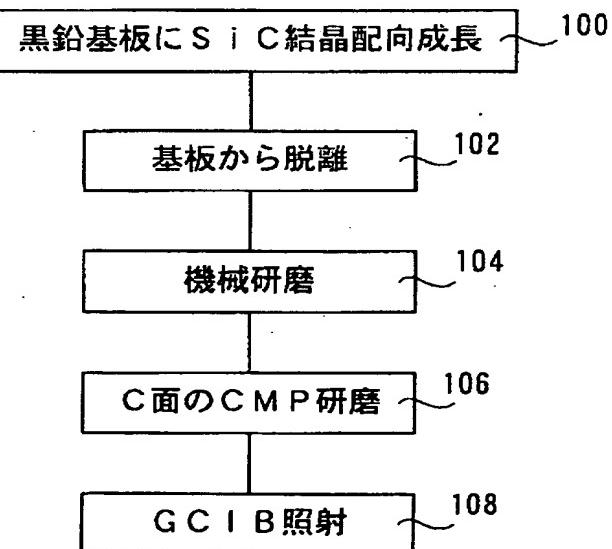
最終頁に続く

(54)【発明の名称】SiCモニタウェハ製造方法

(57)【要約】

【課題】パーティクル検出が可能となるまで表面を平坦にすることのできるSiCモニタウェハを得る。

【解決手段】CVD(Chemical Vapor Deposition)法で結晶系SiCのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離する。このSiCを機械研磨単独またはCMP(Chemo Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を 1×10^{11} atoms/cm²以下となるまで、GClB(Gas Cluster Ion Beam)を表面に照射して作製する。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 CVD(Chemical Vapor Deposition)法で結晶系SiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP(Chemo Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を $1 \times 10^{11} \text{ atoms/cm}^2$ 以下となるまで、GCI B(Gas Cluster Ion Beam)を表面に照射して作製することを特徴とする超平坦で清浄な表面を有するSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項2】 前記CVD工程では3C-SiC結晶を[100]または[110]または[111]方向に配向成長させ、結晶方位を揃えることにより、CMP及びGCI B照射時のエッティング速度異方性を回避することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項3】 GCI Bを照射する前の機械研磨単独またはCMP併用の加工段階において、ウェハ表面100μm領域での表面粗さ(PV値)を5nmないし50nmまで平坦化し、その後GCI Bにより超平坦表面を作製することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項4】 SiC表面を機械研磨する際、3C-SiC結晶のC面を研磨面とし、Si面研磨に比較して、大きなエッティングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項5】 SiC表面にGCI Bを照射する際、3C-SiC結晶のC面を照射面とし、Si面照射に比較して大きなエッティングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項6】 ウェハ表面に照射するGCI Bのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂单独、またはこれらの混合物ガスを用いて、表面で生成するFラジカルなどを活用し、SiC表面での化学反応を促進し、大きなエッティングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項7】 ウェハ表面に照射するGCI Bのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂单独、またはこれらの混合物ガスを用いて、エッティングを行った後、その表面を超平坦化するために、Arガスクラスターを照射することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は半導体プロセス機器に導入する超平坦かつ高純度の表面をもつSiCモニタウェハの製造方法。

【0002】

【従来の技術】 シリコン単結晶を基板とする半導体デバイスは、シリコン基板(シリコンウェハ)の表面に酸化膜を形成する酸化工程や不純物を拡散する拡散工程、さ

らには減圧下で窒化ケイ素膜、多結晶シリコン膜(ポリシリコン膜)などを形成する減圧CVD(LPCVD)工程等を経て、シリコンウェハ上に微細な回路が形成される。これらの工程には、拡散装置、LPCVD装置などと呼ばれる半導体製造装置が使用される。そして、これらの装置は、いずれも複数のシリコンウェハを炉内に挿入し、シリコンウェハ本体を高温に加熱する炉体部分と、反応性ガスを炉内に供給するガス導入部、排気部などからなっており、多数枚のシリコンウェハを同時処理(バッチ処理)できるようになっている。図5は、縦型LPCVD装置の一例を示したものである。

【0003】 図5において、CVD装置10は、炉本体12の内周面に図示しないヒータが配設してあって内部を高温に加熱、維持できるようになっているとともに、図示しない真空ポンプに接続してあり、内部を10Torr以下に減圧できるようにしてある。また、炉本体12の内部には、高純度石英や炭化ケイ素(SiC)によって形成したプロセスチューブ14が設けてある。

【0004】 プロセスチューブ14によって覆われるベース16の中央部には、ポート受け18が設けてあって、このポート受け18上にSiCや石英などから形成した縦型ラック状のウェハポート20が配置してある。そして、ウェハポート20の上下方向には、大規模集積回路(LSI)などの半導体デバイスを形成するための多数のシリコンウェハ22が適宜の間隔をあけて保持させてある。また、ウェハポート20の側部には、反応ガスを炉内に導入するためのガス導入管24が配設してあるとともに、炉内温度を測定する熱電対を内蔵した熱電対保護管26が設けてある。

【0005】 このように構成したCVD装置10は、ウェハポート20を介して多数のシリコンウェハ22が炉内に配置される。そして、炉内を100Torr以下に減圧するとともに、例えば800~1200°Cの高温に加熱し、ガス導入管24を介してH₂などのキャリアガスとともにSiC14などの反応性ガス(原料ガス)を炉内に導入し、シリコンウェハ22の表面に多結晶シリコン膜(ポリシリコン膜)やシリコン酸化膜(SiO₂)の形成などが行われる。

【0006】 ところで、このようなCVD装置10においては、シリコンウェハ22に付着するパーティクルの状態や、シリコンウェハ22に所定の膜厚が形成されているか等を調べるために、ウェハポート20の上下方向の適宜位置に複数枚のモニタウェハ30をシリコンウェハ22と混在させて配置している。このような形成薄膜の膜厚、パーティクルなどの管理を行うためのモニタウェハには、一般的に、表面粗さRa=0.25nm程度のSi単結晶ウェハが用いられている。シリコン単結晶では、このように非常に平坦な表面が得られているが、従来のモニタウェハは、ポリシリコン膜やシリコン酸化膜を形成した場合、膜を酸などによって洗い流して再使

用することができず、1回限りの使い捨てとなつてお
り、非常に不経済となつてゐた。このため、硝酸などに
対する耐触性に優れており、エッティングによる付着物の
除去が容易に行え、長期間の繰返し使用が可能であるS
iCウェハが注目されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】一方、SiCは硬度が
高いが、超平坦な表面を作り出すのは困難である。一般
には、ダイヤモンド砥粒を用いて研磨を行うが、砥粒、
または脱離したSiC自身により、ウェハ表面にスクラ
ッチ損傷を与える。また、表面清浄度に関しては、この
研磨工程で不純物が混入してしまう問題もある。

【0008】これまでのSiC研磨技術では、低コスト
に超平坦且つ清浄な表面を有するSiCモニタウェハを
製造する事は出来ない。例えば、デザインルール0.1
3μmを想定した場合、少なくとも0.1μmのパーティ
クル(ゴミ)を検出する必要がある。しかし、現状の
量産対応のSiC研磨技術では、その平均粗さがRa=20nm程度
であるので、この表面粗さではパーティクル検出が出来ないことが確認されている。

【0009】本発明は、上記従来の問題点に着目してな
されたもので、パーティクル検出が可能となるまで表面
を平坦にすることのできるSiCモニタウェハ製造方法
を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため
に、本発明に係るSiCモニタウェハ製造方法は、3C
—SiCをCVDにより[111]方向に成長させる。また、SiCのC面を研磨、ArガスによるGCI B照射
する。更には、GCI Bのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを用
いるようにした。

【0011】より具体的には、本発明に係るSiCモニ
タウェハ製造方法は、CVD(Chemical Vapor Depositi
on)法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、この
SiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP(Che
mo Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を
平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下
かつウェハ表面の不純物密度を1×10¹¹atoms/cm²
以下となるまで、GCI B(Gas Cluster Ion Beam)を
表面に照射して作製するように構成する。

【0012】また、前記CVD工程では3C-SiC結
晶を[100]または[110]または[111]方向に配向
成長させ、結晶方位を揃えることにより、CMP及びG
CI B照射時のエッティング速度異方性を回避するよう
にしてSiCモニタウェハを製造するように構成してもよ
い。

【0013】前記GCI Bを照射する前の機械研磨単独
またはCMP併用の加工段階において、ウェハ表面10
0μm領域での表面粗さ(PV値)を5nmないし50

nmまで平坦化し、その後GCI Bにより超平坦表面を
作製するようとする。

【0014】また、SiC表面を機械研磨する際、3C
—SiC結晶のC面を形成し、これを研磨面とし、Si
面研磨に比較して、大きなエッティングレートを得る。更
に、SiC表面にGCI Bを照射する際、3C—SiC
結晶のC面を照射面とし、Si面照射に比較して大きな
エッティングレートを得るようにする。加えて、ウェハ表
面に照射するGCI Bのガス種にCF₄、SF₆、N
F₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを
用いて、表面で生成するFラジカルなどを活用し、Si
C表面での化学反応を促進し、大きなエッティングレート
を得るようにすればよい。また、ウェハ表面に照射する
ガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、ま
たはこれらの混合物ガスを用いて、エッティングを行つた
後、その表面を超平坦化するために、Arガスクラスターを
照射するようにしてよい。

【0015】本発明は、結晶方向制御、SiCのSi面
/C面の選択、またSiCとガス種との反応性を利用
し、低コストで超平坦、且つ清浄なSiC表面を得るも
のである。

【0016】イオンエッティングを行う場合、スパッタ率
を高めるために、理想的なイオンの入射角が存在する。
SiCの結晶方向が揃っていない場合、例えイオンビーム
を均一に照射しても、ウェハを構成する結晶粒毎に、
エッティング深さが異なる。配向成長によりこの問題を解
決できる。また、SiCの(111)面と(1-1-1-)面
は等価でない。前者をSi面、後者をC面と呼んでい
る。例えば、SiC表面に形成したSiO₂膜中の酸素
イオンの透過性では、Si面上のSiO₂の方が、小
さな透過率、即ち、大きな耐酸化性を有している。エッチ
ングについてもC面とSi面の違いが予想される。更に
は、GCI Bのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CH
F₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを用いること
により、SiC表面とFラジカルの反応が進行し、Ar
ガスの場合と比較して、より大きなエッティングレートが
得られる。これらのガス種の場合、エッティング速度は大
きいが、平坦化能力に劣るので、Arガスにより最終仕
上げを行う。

【0017】

【発明の実施の形態】以下に、本発明に係るSiCモニ
タウェハの製造方法について、その好ましい実施の形態
を、図面を参照して、詳細に説明する。図4に示すよう
に、SiCは、結晶構造がダイヤモンドの置換型であつ
て、炭素原子Cとケイ素原子Siとが六角形の格子を形
成しているとともに[111]軸の方向に沿つて炭素原子
Cの配列された層と、ケイ素原子Siの配列された層と
が、交互に配置された構造をしている。そして、この炭
素原子Cが配列された層とケイ素原子Siが配列された
層との結合力は、他の部分の結合力より弱いため、(1)

11) 面と平行な方向に切断されやすい。このため、SiCは、炭素原子Cの層とケイ素原子Siの層との境界である。(111)面と平行な方向に容易に切断され、切断面に炭素原子Cの層とケイ素原子Siの層とが現れる。

【0018】これは、研磨を行った場合にも同様であって、(111)を研磨すると、その表面にはケイ素原子Siの層が現れ、反対側の面を研磨した場合には炭素原子Cの層が現れる。従って、SiCウェハは、常に一方の面がケイ素原子Siの層が現れているいわゆるSi面となり、他方の面が炭素原子Cの層が現れているいわゆるC面となっている。

【0019】次に本実施形態に係るSiCモニタウェハ製造方法は次のように行われる。この製造工程のフローチャートを図1に示す。この図に示すように、SiCウェハを表面が(111)となるようにCVDにより黒鉛基材面上に作製し(ステップ100)、基材を燃焼させてSiCウェハを脱離させる(ステップ102)。このようにして得たSiCウェハの表面を機械研磨し(ステップ104)、次いでウェハC面のCMP研磨を行い(ステップ106)、最後にGCI Bを照射していわゆる研磨作業を終了するのである(ステップ108)。

【0020】SiCモニタウェハの製造に当たり、最初にSiCウェハを作製する。これは、図2に示しているように、まず、製造するSiCウェハの寸法に合わせた、高純度黒鉛からなる所定寸法の円板状黒鉛基材40を製作する(図2(1))。その後、円板状黒鉛基材40をCVD装置に入れ、装置(炉)内を所定の温度(例えば、1000~1600°C)に加熱、保持するとともに、炉内を所定の圧力(例えば、100 Torr)に制御する。そして、キャリアガスである水素ガス(H₂)とともに、SiCの原料となるSiCl₄、C₂H₂などを体積%で5~20%供給し、黒鉛基材40の表面にSiCの層42を0.3~1mm成膜する(図2(2))。

その後、黒鉛基材40をCVD装置から取り出し、機械加工によってSiC層42の周面を研削して切除し、黒鉛基材40の周面を露出させる(図2(3))。そして、SiC層42に挟まれた状態の黒鉛基材40を900~1400°Cの炉に入れて酸素を供給し、黒鉛基材40を燃焼させて除去して2枚のSiCウェハ50を得る(図2(4))。その後に、SiCウェハを研磨するのである。

【0021】このようにして得たSiCウェハ50をモニタウェハとして利用できるように研磨処理を行う。まず、このウェハ50を、ダイヤモンド砥粒を用いて、Ra=0.02μmまで研磨した後、CMP研磨を行う。研磨剤にコロイダルシリカ(粒径70nm)を用い、アルカリ添加によりスラリーのpHを10ないし11に調整する。研磨時間は12時間である。CMPを行う面はC面である。温度55°Cでのエッティング速度はpH10 50

で0.1μm/h、pH11で0.2μm/hである。室温程度では、エッティング速度が更に小さくなる。また、Si面では、そのエッティング速度がC面に比較し半分以下となる。

【0022】次に、機械研磨のみ実施したウェハ、及び機械研磨とCMPを併用したウェハにGCI Bを照射し、ウェハの平坦化を行う。GCI B装置を図3に示す。このGCI B装置70は、公知のものを使用すればよく、例えば図示のように、ソースチャンバー排気ポンプとメインチャンバー排気ポンプとによって作動排気されるソースチャンバー71とメインチャンバー72の2つの真空室を有している。ガスボンベなどから供給されたソースガスを、超音速でノズル74より噴出させることによって、断熱膨張によりガスクラスターを形成する。生成したクラスターはスキマー76を通過させ、ビーム形状を整えてイオン化部78に導入される。このイオン化部78では、フィラメントによる電子衝突によりイオン化される。この際に、加速部80において、電界によりクラスターは加速され、ガスクラスターイオンは、減速電界部82での減速電界によりクラスターの大きさが選別され、さらに加速部84において加速されて高電圧を印加したターゲットとしてのウェハ50へ照射される。ウェハ50へ照射されたガスクラスターイオンはウェハ50との衝突で壊れ、その際クラスター構成原子または分子および被加工物構成原子または分子と多体衝突が生じ、ウェハ50表面に対して水平方向への運動が顕著になり、その結果、ウェハ50表面に対して横方向の切削が可能となる。さらにウェハ50表面を横方向に粒子が運動することにより、表面の凸部が主に削られ原子サイズでの平坦な超精密研磨が得られることになる。

【0023】導入するソースガスとしては、エッティングレートの大きいCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを用いる。この種のガスではエッティング速度は大きいが、平坦化能力に劣るので、たとえばアルゴンや、窒素ガス、酸素ガス等の他、化合物の炭酸ガス等、必要に応じて1種または2種以上のガスを単独にあるいは混合して使用することができる。

【0024】このようなGCI B照射により、表面粗さは、原子レベルサイズにまで向上する。また、ガスクラスターイオンビームは、イオンの持つエネルギーが通常のイオンエッティングと異ってより低いため、ウェハ表面に損傷を与えることなく、所要の超精密研磨を可能とする。なお、ガスクラスターイオンビームの被加工物表面への照射では、通常は、その表面に対して略垂直方向から照射するのが好ましい。

【0025】上記GCI Bによる代表的な照射条件を表1に示す。

【表1】

ガス種	CF ₄	照射面積	直径7インチ
加速電圧	15kV	ビーム電流	50μm
イオン化電圧	300V	イオン化電流	150mA
照射時間	1h		

エッティング深さは照射部とマスキングを施した非照射部との段差から求める。CF₄照射の平坦化への効果を表

2に纏めている。

【表2】

ガス種	エッティングレート	R _a
C面	1.0μm/h	4nm
Si面	0.4μm/h	20nm
C面(CMP)	1.0μm/h	1.6nm
Si面(CMP)	0.4μm/h	4nm

CF₄をC面に照射した際のエッティングレートは1μm/hである。Si面では、0.4μm/hとなる。また、Arガスクラスター照射では、C面、Si面とともにエッティングレートがCF₄に比較して1/10となる。Arガスのみの使用ではスループットが極めて低くなる。CF₄照射後、最終仕上げとしてArガスクラスターを照射

する。AFMで表面を観察した結果では、一番平坦な表面を有するウェハはC面(CMP併用)であり、その平均粗さR_a値は0.2nmとなっている。

【0026】

【表3】

ガス種	エッティングレート	R _a
C面	0.1μm/h	0.5nm
Si面	0.05μm/h	10.0nm
C面(CMP)	1.10μm/h	0.2nm
Si面(CMP)	0.05μm/h	0.5nm

このように本実施形態によれば、CVDによりSiC結晶の方向を[111]に揃え、このC面にCMP、GCI Bを適用することにより、またGCI Bガス種にCF₄などの反応性物質を用いることにより、難加工材であるSiCの表面を超平坦化できる。なお、上記実施形態ではSiC結晶の方向を[111]に揃えた場合を説明したが、結晶方向が[100]、[110]の場合でも同様の効果を得ることができる。

【0027】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明は、CVD(Chemical Vapor Deposition)法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP(Chemo Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがR_a=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を1×10¹¹atoms/cm²以下となるまで、GCI B

(Gas Cluster Ion Beam)を表面に照射して作製するよう構成したので、パーティクル検出が可能となるまでSiCウェハの表面を超平坦にすることができるという優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態に係るSiCモニタウェハ製造方法の工程を示すフローチャートである。

【図2】SiCウェハの製造工程図である。

【図3】GCI B装置の構造を示す断面図である。

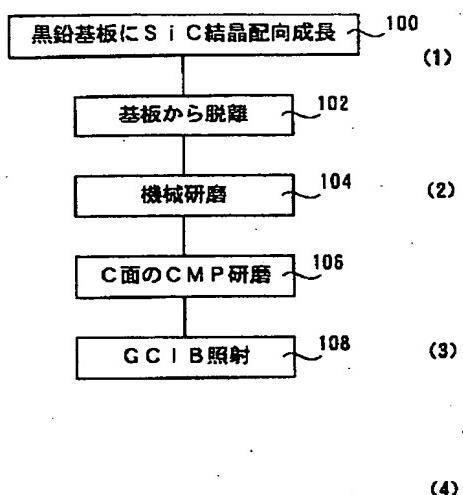
【図4】SiCウェハの結晶構造を示す図である。

【図5】減圧CVD装置の説明図である。

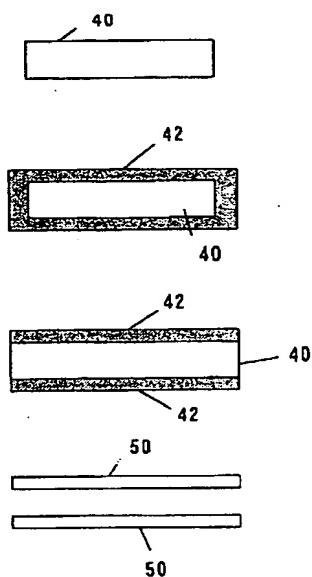
【符号の説明】

30 ……モニタウェハ、40 ……黒鉛基材、42 ……SiC層、50 ……SiCウェハ、70 ……GCI B装置。

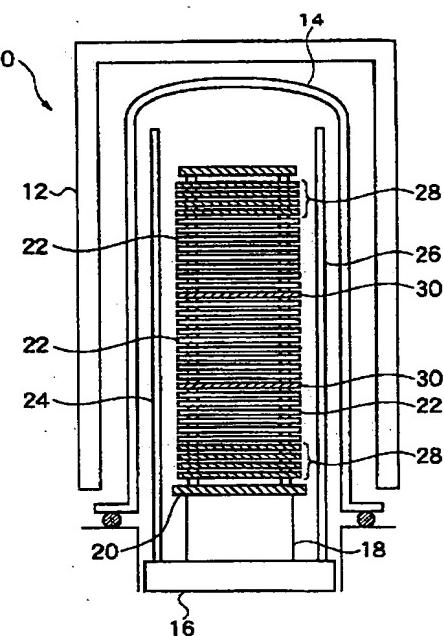
【図 1】



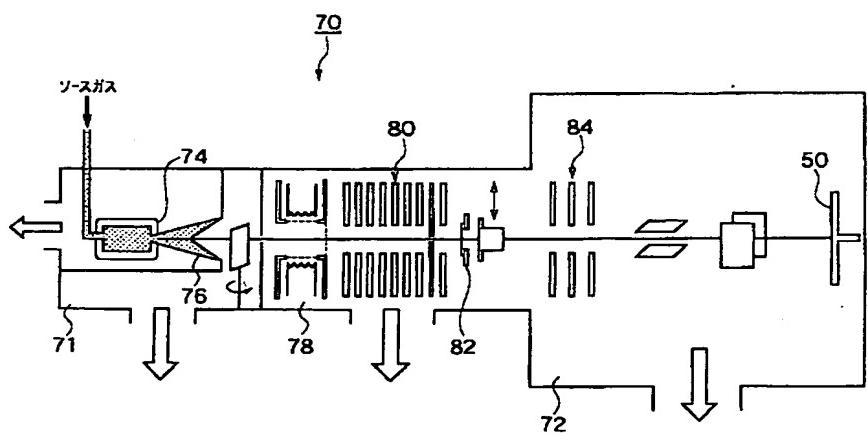
【図 2】



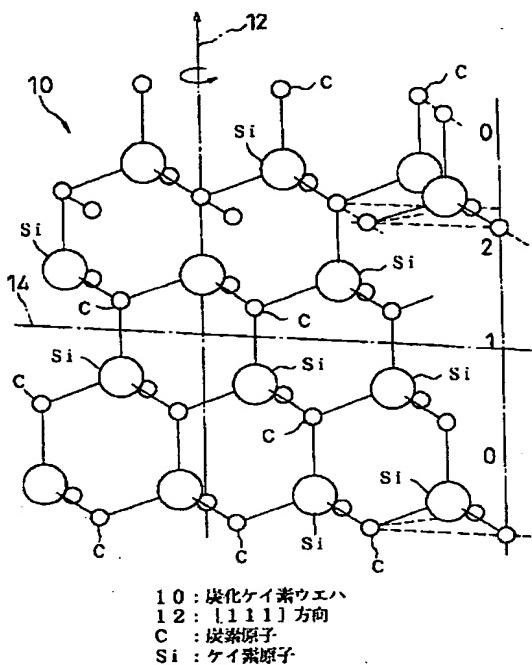
【図 5】



【図 3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 村田 和俊

岡山県玉野市玉3丁目1番1号 三井造船
株式会社玉野事業所内

(72)発明者 宮武 直正

岡山県玉野市玉3丁目1番1号 三井造船
株式会社玉野事業所内

F ターム(参考) 4G077 AA02 AA03 AB01 AB02 BE08
 DB01 FG02 FG16 FJ01
 5F045 AD14 AD15 AD16 AD17 AD18
 AF02 HA13

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-249426
(43)Date of publication of application : 05.09.2003

(51)Int.Cl.

H01L 21/02
C30B 29/36
C30B 33/12
H01L 21/205

(21)Application number : 2002-045725
(22)Date of filing : 22.02.2002

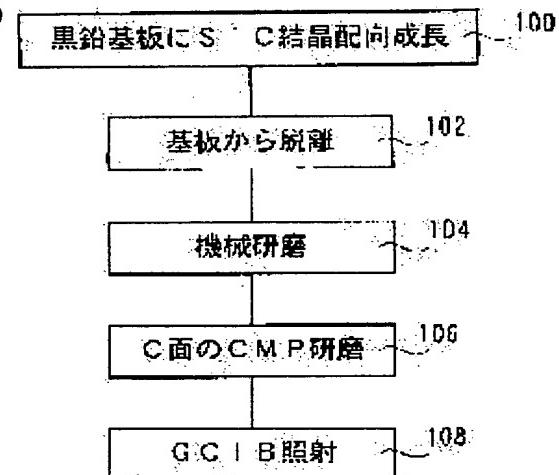
(71)Applicant : MITSUI ENG & SHIPBUILD CO LTD
(72)Inventor : YAMADA AKIRA
MATSUO JIRO
TOYODA KISHO
MURATA KAZUTOSHI
MIYATAKE NAOMASA

(54) SiC MONITOR WAFER MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain SiC monitor wafer for flattening the surface to such an extent that a particle can be detected.

SOLUTION: Crystal system 3C SiC is deposited in a CVD (Chemical Vapor Deposition) method on a substrate, and the SiC is removed from the substrate. By using mechanical polishing or in combination with CMP (Chemo Mechanical Polishing), the surface of the SiC is flattened. Then, the surface is irradiated with GCIB (Gas Cluster Ion Beam) to such an extent that the surface roughness becomes $R_a=0.5\text{ nm}$ or smaller, and the impurity density of wafer surface becomes $1 \times 10^{11}\text{ atoms/cm}^2$ or smaller.



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.